



### **Science Arts & Métiers (SAM)**

is an open access repository that collects the work of Arts et Métiers Institute of Technology researchers and makes it freely available over the web where possible.

This is an author-deposited version published in: <https://sam.ensam.eu>  
Handle ID: <http://hdl.handle.net/10985/11814>

#### **To cite this version :**

Laurent BARRALLIER, Sébastien JÉGOU - Nitruration des aciers de construction : génération des contraintes résiduelles - In: Contraintes résiduelles - A3TS, France, 2017-02-02 - Conférence A3TS janvier 2017 Paris Saclay - 2017

Any correspondence concerning this service should be sent to the repository

Administrator : [scienceouverte@ensam.eu](mailto:scienceouverte@ensam.eu)



# Nitruration des aciers de construction : génération des contraintes résiduelles

L. BARRALLIER, S. JÉGOU

Laboratoire MSMP, Arts et Métiers, Aix-en-Provence, France  
laurent.barrallier@ensam.eu, sebastien.jegou@ensam.eu

## RÉSUMÉ

Le traitement thermochimique de nitruration est un traitement de surfaces permettant d'améliorer la durée de vie en fatigue des pièces traitées. Les dernières avancées dans ce domaine permettent de relier les paramètres technologiques du procédé (temps, température, potentiel azote, composition de l'acier) aux caractéristiques mécaniques des couches nitrurées et tout particulièrement les contraintes résiduelles. La génération des contraintes est directement liée aux différents processus physicochimiques mis en jeu dans la nitruration : co-diffusion de l'azote et du carbone, transformations métallurgiques associées, variations volumiques induites, comportement mécanique local d'un matériau hétérogène, ... mais également aux gradients associés et à la géométrie de la pièce mécanique.

## TRAITEMENT DE NITRURATION DES ACIERS DE CONSTRUCTION

La nitruration est utilisée pour des durées de traitement important dans l'amélioration de la durée de vie en fatigue des pièces mécaniques fortement sollicitées mécaniquement. Dans ces cas-là, les aciers nitrurés sont généralement des aciers de construction alliés, à l'état trempé-revenu [1]. Le traitement de nitruration permet en effet d'obtenir des microstructures stables pour des températures jusqu'à 450-500 °C et avoisinant la température de traitement (comprise entre 500 et 590 °C). Ce traitement permet également de réduire les reprises d'usinage (finition, superfinition), indispensables pour les pièces fortement sollicitées superficiellement (engrenages, pistes intégrées de roulement, ...), et les déformations des pièces en l'absence d'opérations de trempe.

La nitruration consiste à faire diffuser à l'état solide de l'azote généralement depuis un milieu nitrurant gazeux ou ionique. Les milieux nitrurants gazeux sont les plus utilisés industriellement, notamment pour les nitrurations de grandes profondeurs, sous ammoniac  $\text{NH}_3$  avec ou sans dilution à l'azote et/ou hydrogène. L'ammoniac se dissocie par des processus d'adsorption à la surface de l'acier pour donner de l'azote monoatomique qui diffusera dans la matrice ferritique [2]. Dans le cas des aciers faiblement alliés, cette diffusion s'accompagne également d'une co-diffusion du carbone [3]. Le traitement est piloté par la température  $T$  et le temps  $t$  de nitruration ainsi que par le potentiel azote  $K_N$  définissant l'aptitude du milieu gazeux à fournir l'azote monoatomique [4]. Durant le processus de diffusion se produit des transformations de phases (dissolution des carbures de revenu, formation de nitrures et de carbures) générant ainsi des gradients de propriétés mécaniques (augmentation de la dureté, génération de contraintes résiduelles) en surface des pièces traitées [5]. La figure 1 montre une microstructure type d'un acier faiblement allié nitruré. Le matériau de base est à l'état trempé-revenu, c'est à dire caractérisé par une matrice ferritique avec des carbures de types  $\text{M}_{23}\text{C}_6$  ( $\text{M} = \text{Cr}, \text{Fe}$ ),  $\text{M}_7\text{C}_3$  ( $\text{M} = \text{Cr}, \text{Fe}$ ) et/ou VC en fonction de la composition de l'acier. Au sein de la couche nitrurée se forme des nitrures de type MN ( $\text{M} = \text{Cr}, \text{V}, \text{Mo}, \text{Fe} \dots$ ) semi-cohérents avec la matrice ferritique par réaction des atomes d'azote avec les éléments d'alliage initialement en solution solide de substitution dans la matrice. Les carbures de revenu initiaux se transforment également en nitrures MN mais de type globulaires et incohérents avec la matrice ferritique (précipitation en chapelets). Le carbone ainsi libéré diffuse, d'une part, à courtes distances aux anciens joints de grains d'austénite (quasi parallèles à la surface traitée) pour former de la cémentite alliée  $\text{M}_3\text{C}$  ( $\text{M} = \text{Cr}, \text{Fe}$ ), et d'autre part, à longue distance en avant du front de diffusion d'azote.

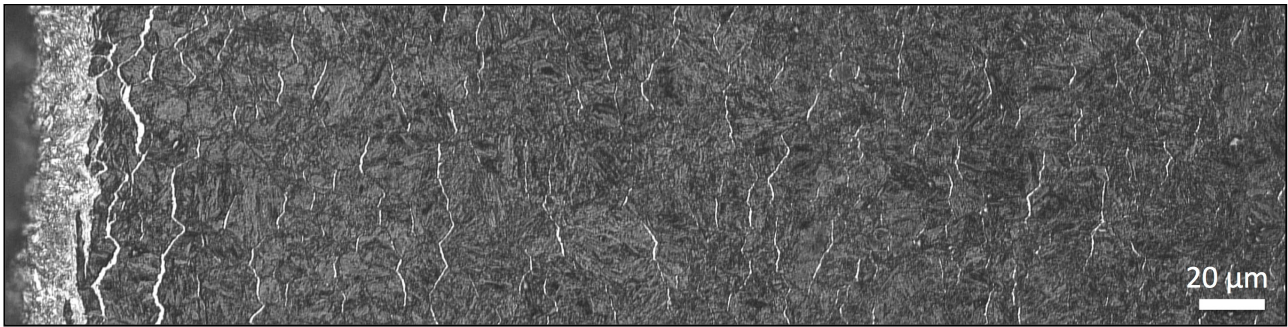


Figure 1 : Micrographie type d'un acier 32CrMoV13 nitruré.

A fraction volumique équivalente, les nitrures MN formés se caractérisant par des tailles inférieures à celle des carbures initiaux, le durcissement de la couche nitrurée est supérieur à celui du matériau de base. La génération des contraintes résiduelles est quant à elle liée à la variation de volume accompagnant les différentes transformations de phases lors du processus de co-diffusion du carbone et de l'azote. Le tableau I donne la masse volumique des différentes phases présentes dans la couche nitrurée et le matériau de base dans le cas d'un acier de nuance 32CrMoV13. La masse volumique des précipités MN étant plus faible que celle de la matrice ferritique avec les carbures de revenu, la variation de volume accompagnant la précipitation des nitrures MN est positive ( $\sim 50\%$ ). Cette variation de volume se produit alors que le matériau de base impose une déformation nulle, et génère par conséquent des contraintes résiduelles de compression au sein de la couche nitrurée. Par équilibrage mécanique, qui est fonction de la géométrie de la pièce, des contraintes résiduelles de traction apparaissent dans le matériau de base.

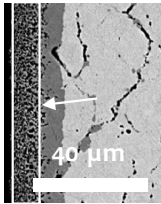
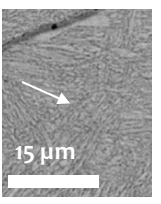
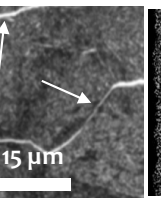
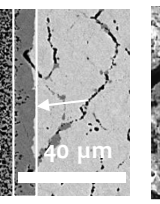
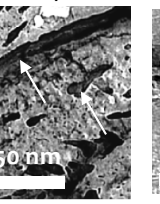

Phase	$\text{Fe}_{2-3}\text{N}$	$\alpha\text{-Fe}$	$\text{Fe}_3\text{C}$	$\text{Fe}_4\text{N}$	$\text{Cr}_{23}\text{C}_6/\text{Cr}_7\text{C}_3$	$\text{CrN}$
Microstructure						
Masse volumique	6800-7200 [18]	7870	7670	7200	6900/6880	6200
						$\text{Kg.m}^{-3}$

Tableau I: Masses volumiques et microstructures des différentes phases présentes dans un acier 32CrMoV13 nitruré, les flèches indiquent la phase considérée [6,7].

La figure 2 donne un exemple de profil de dureté d'un acier de nuance 32CrMoV13 nitruré à la température de  $520^\circ\text{C}$  durant 55 h [8]. Les duretés sont généralement doublées dans la couche nitrurée par rapport au matériau de base. Les contraintes résiduelles de compression affectent la totalité de la couche nitrurée (Figure 2b). L'amplitude des contraintes dépend des paramètres de nitruration ( $T$ ,  $t$  et  $K_N$ ) [3].

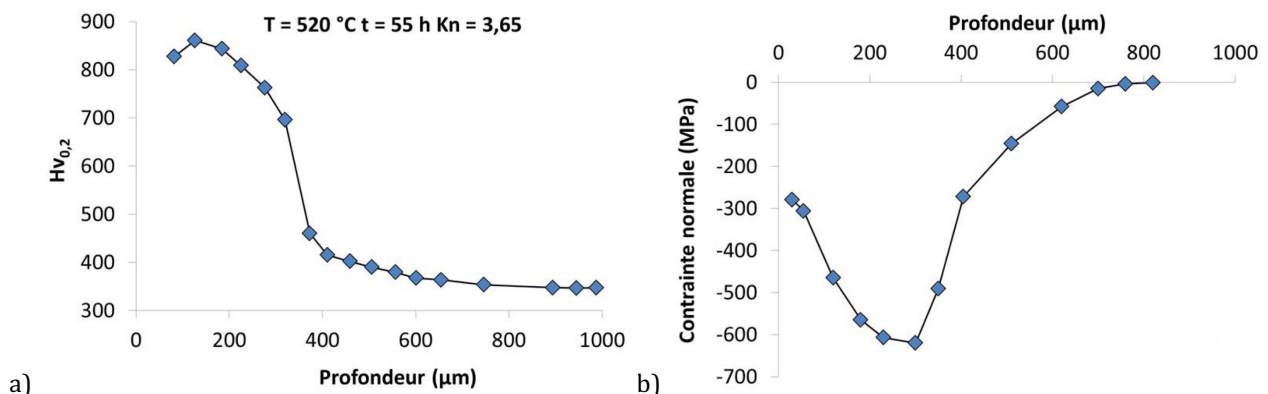


Figure 2 : Acier de nuance 32CrMoV13 nitruré,  $T = 520^\circ\text{C}$ ,  $t = 55\text{ h}$ ,  $K_N = 3,65\text{ atm}^{-1/2}$ , a) profil de dureté, b) profil des contraintes résiduelles déterminées dans la ferrite par diffraction des rayons X [8].

## MÉCANISMES DE DIFFUSION/PRÉCIPITATION

La simulation du processus de diffusion et de précipitation permet, suivant les paramètres du procédé, de prédire les profils de concentrations en azote et carbone ainsi que les modifications mécaniques des surfaces traitées (dureté et contraintes résiduelles) [9].

La modélisation de la diffusion est basée sur les lois de Fick en ne considérant que la diffusion des éléments légers (azote, carbone) en solution solide d'insertion dans une matrice ferritique. Les fractions d'éléments diffusants devant tenir compte des transformations de phases, un calcul de précipitation permet à chaque pas de calcul temporel et profondeur de déterminer la fraction et la composition chimique de chaque phase en fonction de la composition (azote, carbone et éléments lourds tels que Fe, Cr, V...). Les calculs sont réalisés à l'équilibre thermodynamique, ou encore sans tenir compte des cinétiques de transformations de phases. L'approche thermodynamique utilise le logiciel Thermo-Calc® avec la base de données TCFE7®. La couche de combinaison n'est pas modélisée, mais fixe cependant les conditions aux limites de concentrations en azote et carbone. Le calcul est réalisé par différence finie pour la résolution des équations de la diffusion en une seule dimension. Les conditions initiales choisies correspondent à la composition du matériau de base traité.

Dans le cas d'un acier de nuance 32CrMoV13 nitruré 50 h à la température de 520 °C avec un potentiel azote  $K_N = 3.65 \text{ atm}^{1/2}$ , il est possible de simuler la co-diffusion du carbone et de l'azote comme le montre la figure 3a. On remarque une diminution de la quantité de carbone en surface et une augmentation au niveau du front de diffusion de l'azote. Les profils de concentrations expérimentaux [2] en azote et en carbone établis par enlèvement de matière successif et spectroscopie à étincelles montrent une bonne adéquation avec la simulation proposée. La figure 3b donne la fraction massique des différentes phases cristallines en fonction de la profondeur. On retrouve à cœur une matrice ferritique avec des carbures de type  $M_{23}C_6$  et  $M_7C_3$  d'une part et dans la couche nitrurée les nitrures MN avec la cémentite alliée  $M_3C$  d'autre part. La quantité d'azote, quasi constante au sein de la couche nitrurée (1 à 1,2 % massique [9]), induit une faible variation de la fraction massique de nitrures MN. En proche surface, la quantité de cémentite alliée  $M_3C$  diminue généralement par un effet de « décarburation » de la couche nitrurée.

La cémentite alliée précipitant aux anciens joints de grains austénitiques n'influe pas sur le durcissement des couches nitrurées. Seuls les précipités de type MN semi-cohérents ou globulaires en chapelets sont à l'origine de ce durcissement [7].

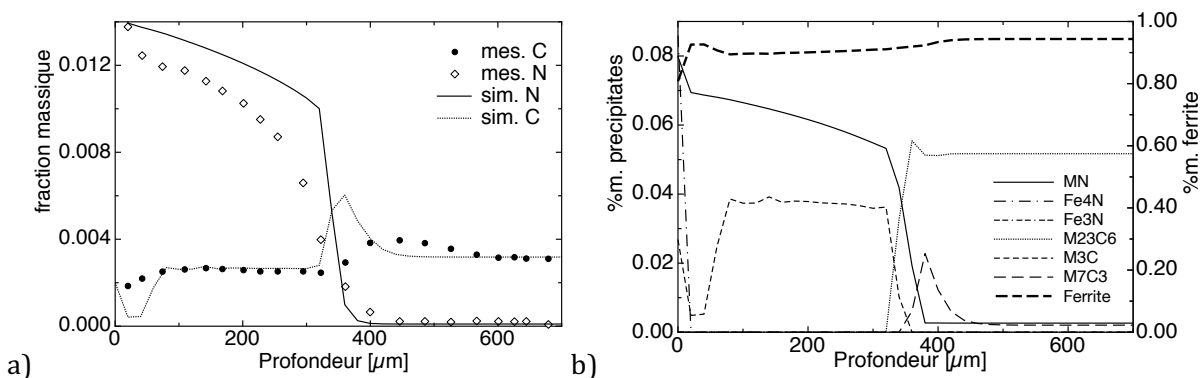


Figure 3 : Simulation de la nitruration, acier 32CrMoV13,  $T=520^\circ\text{C}$ ,  $t=50 \text{ h}$ ,  $K_N=4,3 \text{ atm}^{-1/2}$ , a) profils d'azote et de carbone, comparaison avec l'expérimentation, b) profils des phases formées.

## GÉNÉRATION DES CONTRAINTES RÉSIDUELLES

Les contraintes résiduelles générées lors de la nitruration sont directement reliées aux transformations de phases qui surviennent lors de la co-diffusion de l'azote et du carbone. En première approximation, il est important de noter qu'il n'y a aucune relation directe entre les gradients de dureté et de contraintes résiduelles. D'un point de vue général, la génération des contraintes résiduelles de compression est due aux déformations libres de contraintes  $\varepsilon^l$  qui surviennent lors du traitement de nitruration en lien avec les transformations microstructurales :

- La variation de volume  $\frac{\Delta V}{V} \Big|^{tr}$  causée par les transformations de phases se produisant durant la co-diffusion du carbone et de l'azote (figure 3) comme :



- La précipitation des phases MN et  $M_3C$  à partir des éléments d'alliage contenus dans la ferrite ou/et des carbures de revenu de type  $M_{23}C_6$ , VC ou  $M_7C_3$  ;
  - La transformation des carbures de revenu de type  $M_{23}C_6$ , VC ou  $M_7C_3$  (notamment en avant du front de diffusion d'azote suite à la diffusion du carbone) ;
  - La modification de la composition des phases, comme la solubilité du carbone et de l'azote dans la matrice ferritique et la composition en éléments d'alliage dans les précipités de type MN,  $M_{23}C_6$  ou  $M_3C$ .
- La variation de volume  $\frac{\Delta V}{V} \Big|^{th}$  d'origine thermique entre la température de nitruration (500-560 °C) et la température ambiante liée à la différence de coefficients de dilatation thermique  $\alpha$  entre les différentes phases cristallines. Cette déformation reste cependant négligeable [10].
  - Les déformations plastiques  $\varepsilon^p$  dues au comportement élastoplastique de la ferrite à la température de nitruration liées au dépassement local du seuil de plasticité suite à la variation de volume accompagnant la précipitation. Ce comportement est fonction de la composition de la ferrite, les précipités ayant un comportement pouvant être considéré comme purement élastique [11].

Lors de la simulation des contraintes résiduelles de nitruration, il convient de distinguer les grandeurs locales relatives à une phase cristalline  $\phi_i$  et notées  $\underline{X}_{\phi_i}$  des grandeurs macroscopiques tensorielles notées  $\underline{\hat{X}}$ . Pour chaque volume élémentaire de la pièce nitrurée, les déformations totales macroscopiques  $\underline{\hat{\varepsilon}}$  sont reliées aux déformations élastiques  $\underline{\hat{\varepsilon}}^e$  et aux déformations libres de contraintes  $\underline{\hat{\varepsilon}}^l$  par la relation :

$$\underline{\hat{\varepsilon}} = \underline{\hat{\varepsilon}}^e + \underline{\hat{\varepsilon}}^l \quad \text{Éq. 1}$$

Les déformations libres de contraintes  $\underline{\hat{\varepsilon}}^l$  qui ne sont pas dues aux champs des contraintes macroscopiques  $\underline{\hat{\sigma}}$  peuvent être des déformations moyennes déviatoriques, ou plastiques (sans changement de volume),  $\underline{\hat{\varepsilon}}^p$ , et déformations sphériques, ou volumiques,  $\underline{\hat{\varepsilon}}^v$ , telles que :

$$\underline{\hat{\varepsilon}}^l = \underline{\hat{\varepsilon}}^p + \underline{\hat{\varepsilon}}^v \quad \text{Éq. 2}$$

Localement les déformations totales macroscopiques doivent être compatibles entre elles (*i.e.* pas de discontinuités dans la matière). Les équations de compatibilités traduisent ces conditions :

$$\text{rot}(\text{rot}(\underline{\hat{\varepsilon}})) = \underline{0} \quad \text{Éq. 3}$$

Cette dernière équation est fondamentale dans l'explication de la génération des contraintes résiduelles. Elle traduit dans la théorie des poutres par exemple le fait « qu'une section droite reste droite » et concerne bien les déformations totales macroscopiques.

L'équilibre mécanique du volume considéré doit enfin être respecté (condition sur les contraintes macroscopiques) :

$$\overrightarrow{\text{div}}(\underline{\hat{\sigma}}) = \vec{0} \quad \text{Éq. 4}$$

Le matériau étant polyphasé, il est possible de relier les contraintes macroscopiques aux contraintes locales  $\underline{\sigma}_{\phi_i}$  et les déformations totales macroscopiques aux déformations totales locales  $\underline{\varepsilon}_{\phi_i}$  en pondérant les valeurs par la fraction volumique  $y_i$  de la phase ou constituant mécanique considérée (ici matrice ferritique et précipités formés durant la nitruration) :

$$\underline{\hat{\sigma}} = \sum_{i=1}^{i=n} y_i \underline{\sigma}_{\phi_i} \text{ et } \underline{\hat{\varepsilon}} = \sum_{i=1}^{i=n} y_i \underline{\varepsilon}_{\phi_i} \quad \text{Éq. 5}$$

Cette moyenne ne peut pas s'appliquer aux déformations élastiques et aux déformations libres de contraintes. Il convient de respecter localement la compatibilité des déformations (même raison que

pour les déformations totales macroscopiques). Plusieurs approches sont possibles, l'une d'elle étant basée sur l'approche d'Eshelby et Kröner qui permet de faire la transition d'échelle [11] :

$$\underline{\varepsilon}_{\phi_i}^e = (\underline{I} + \underline{U}_{\phi_i})\underline{\hat{\varepsilon}} + (\underline{I} + \underline{U}_{\phi_i})(\underline{I} - \underline{W}^{-1})(\underline{\hat{\varepsilon}}^l - \underline{\varepsilon}_{\phi_i}^l) \quad \text{Éq. 6}$$

où  $\underline{U}_{\phi_i}$  est le tenseur de polarisation qui dépend des tenseurs d'élasticité des phases cristallines,  $\underline{W}$  le tenseur d'Eshelby qui tient compte de la forme des inclusions (phases cristallines). Localement il est possible de relier les déformations totales, libres de contraintes, plastiques et volumiques :

$$\underline{\varepsilon}_{\phi_i} = \underline{\varepsilon}_{\phi_i}^e + \underline{\varepsilon}_{\phi_i}^l \text{ et } \underline{\varepsilon}_{\phi_i}^l = \underline{\varepsilon}_{\phi_i}^p + \underline{\varepsilon}_{\phi_i}^v \quad \text{Éq. 7}$$

Les caractéristiques élastiques locales des phases considérées sont également prises en compte au travers du tenseur d'élasticité  $\underline{C}_{\phi_i}$  :

$$\underline{\sigma}_{\phi_i} = \underline{C}_{\phi_i} \underline{\varepsilon}_{\phi_i}^e \quad \text{Éq. 8}$$

Si le comportement local de la phase cristalline n'est pas purement élastique, il convient d'avoir une loi de comportement plastique  $g_{\phi_i}$  reliant contraintes et déformations plastiques :

$$\underline{\sigma}_{\phi_i} = g_{\phi_i}(\underline{\varepsilon}_{\phi_i}^p) \quad \text{Éq. 9}$$

La résolution du système d'équations composés des équations 1 à 9 permet de déterminer les contraintes résiduelles locales et macroscopiques en fonction des déformations volumiques  $\left. \frac{\Delta V}{V} \right|^{tr}$  et  $\left. \frac{\Delta V}{V} \right|^{th}$ , des éventuels comportements élastoplastiques et de la géométrie de la pièce. La figure 4 schématise l'effet de l'évolution de la microstructure sur la variation de volume. Le calcul de la variation de volume tenant compte de la co-diffusion du carbone et de l'azote dépend des variations de volume local pondérées par les fractions volumiques des différentes phases [5]. L'implémentation du modèle a été réalisée en considérant un comportement purement élastique des précipités (carbures et nitrides) et un comportement élastoplastique de la ferrite dans le cadre d'un massif semi-infini.

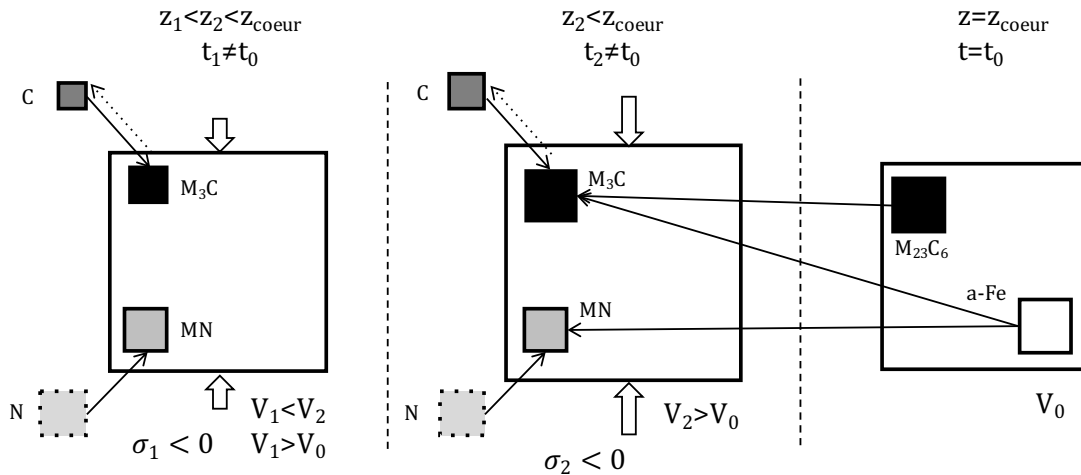


Figure 4 : Schématisation de la variation de volume liée aux transformations de phases.

Avec cette approche, il est possible de calculer le gradient de densité qui révèle des variations locales relativement importante (figure 5a). L'hypothèse du calcul mécanique étant celui d'un massif infini seules les déformations totales perpendiculaires à la surface ne sont pas nulles comme le montre la figure 5b. Enfin la variation locale de volume induite par les transformations de phases en prenant comme point de référence le matériau de base est donnée à la figure 5c. Il est possible alors de calculer les contraintes résiduelles moyennes, dans la ferrite et dans les précipités en faisant un calcul mécanique après l'étape de diffusion/précipitation (pas de couplage avec la mécanique). Compte tenu de la nature polyphasée du matériau, la composante 33 (normale à la surface, les composantes 11 et 22 étant dans

un plan parallèle à la surface) des contraintes dans les deux phases cristallines n'est pas nulle. La figure 5d donne pour chaque phase  $\sigma_{RX}^{\phi_i} = \sigma_{11}^{\phi_i} - \sigma_{33}^{\phi_i}$ , valeur correspondant aux contraintes résiduelles analysées par diffraction des rayons X (DRX) [10]. Les contraintes résiduelles macroscopiques sont approximativement deux fois plus importantes que les contraintes résiduelles analysées pas DRX. Des analyses macroscopiques par enlèvement de matière (méthode de la flèche) sont en accord avec ces résultats [12, 13]. L'approche proposée demanderait à être améliorée en considérant la cémentite aux joints de grains dont le comportement mécanique est assez différent des précipités MN globulaires ou semi-cohérents. La cémentite alliée précipite sous forme polycristalline aux joints de grains avec des niveaux de contraintes inférieures à celles de la ferrite (figure 6a-d) [14]. Avec une fraction massique de l'ordre de 5 %, les grains de cémentite se caractérisent par une taille inférieure au micromètre et sont orientés suivant les directions  $\langle 101 \rangle$  perpendiculairement à la surface traitée (figure 6g-i). La faible fraction massique des précipités ne permet pas des analyses courantes de leurs états de contraintes avec les moyens classiques de DRX de laboratoire. Il est cependant possible d'avoir une idée des contraintes locales par orientation cristalline en utilisant l'EBSd haute résolution [14] comme le montre les résultats de la figure 6j pour les pressions hydrostatiques et la figure 6k pour les contraintes de von Mises.

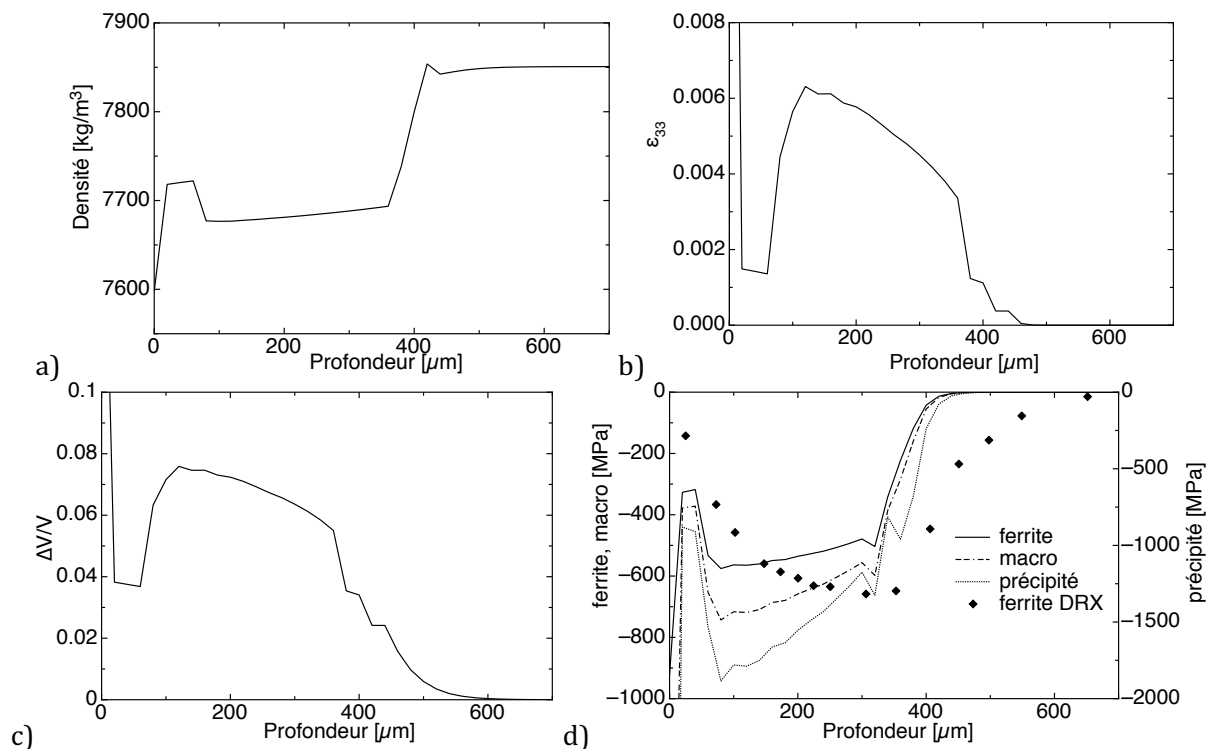


Figure 5 : Simulation de la nitruration, acier 32CrMoV13,  $T=520^{\circ}\text{C}$ ,  $t=50\text{ h}$ ,  $K_N=4,3\text{ atm}^{-1/2}$ , a) densité locale, b) déformation totale normale à la surface  $\hat{\epsilon}_{33}$ , c) variation de volume  $\frac{\Delta V}{V}$ , d) contraintes résiduelles.

L'ensemble de l'approche diffusion/précipitation et génération des contraintes résiduelles a été implémenté dans le logiciel DMS® pour des géométries simples (massif semi-infini, plaque mince, cylindre). Ce type de modélisation et d'approche permet de modéliser les transformations de phases et le couplage mécanique correspondant comme le montre la figure 7a pour la profondeur de 100  $\mu\text{m}$  correspondant au traitement de nitruration étudiée. On remarque bien que le front de diffusion de l'azote modifie très sensiblement la répartition des phases entre 6 et 8 h après le début de la nitruration. La variation de volume correspondante (figure 7b) n'est pas monotone, elle dépend de la fraction volumique totale des précipités et de leurs volumes massiques (tableau I). L'état de contraintes final dépend donc du chargement mécanique qui n'est pas forcément un chargement mécanique monotone. Ceci explique la forme des profils de contraintes résiduelles de nitruration et en particulier la diminution en valeur absolue des contraintes de compression en proche surface. L'évolution des contraintes résiduelles au cours du traitement de nitruration trouve ainsi son origine dans les évolutions de transformations de phases associées à la co-diffusion de l'azote et du carbone au cours du traitement, et non à un phénomène de fluage comme avancé dans la littérature.

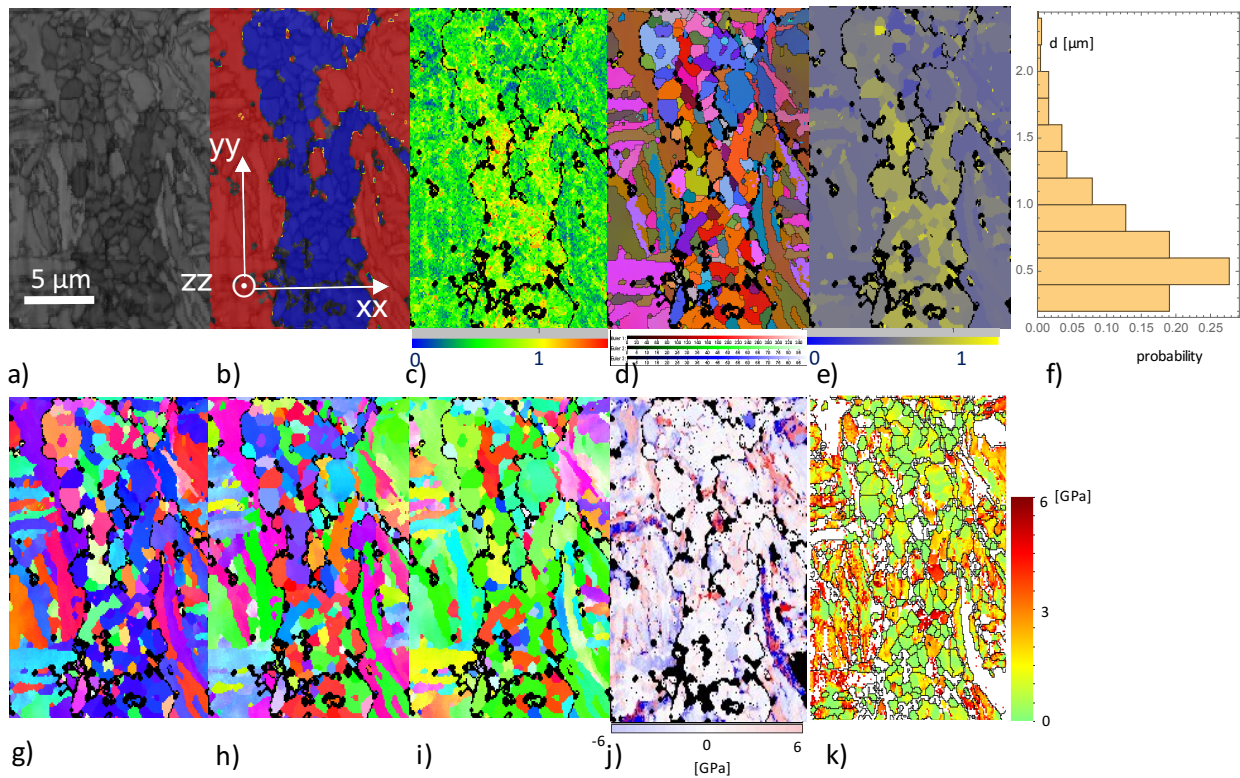


Figure 6 : Acier de nuance 32CrMoV13 nitruré 30 h à 520 °C avec  $K_N = 4.3 \text{ atm}^{-1/2}$ . Coupe parallèle à la surface à 50  $\mu\text{m}$ , cartographies issues des analyses EBSD de la cémentite aux joints de grains et de la ferrite (même échelle sur toutes les cartographies): a) contraste de bande, b) phases: rouge = ferrite, bleu = cémentite, c) désorientation moyenne entre pixel (KAM) d) angles d'Euler, e) désorientation moyenne entre grains, f) distribution en taille de la cémentite, g) Figure de pôles inverses suivant xx (IPFx), h) IPFy, i) IPFz, j) pression hydrostatique, k) contraintes de von Mises [14].

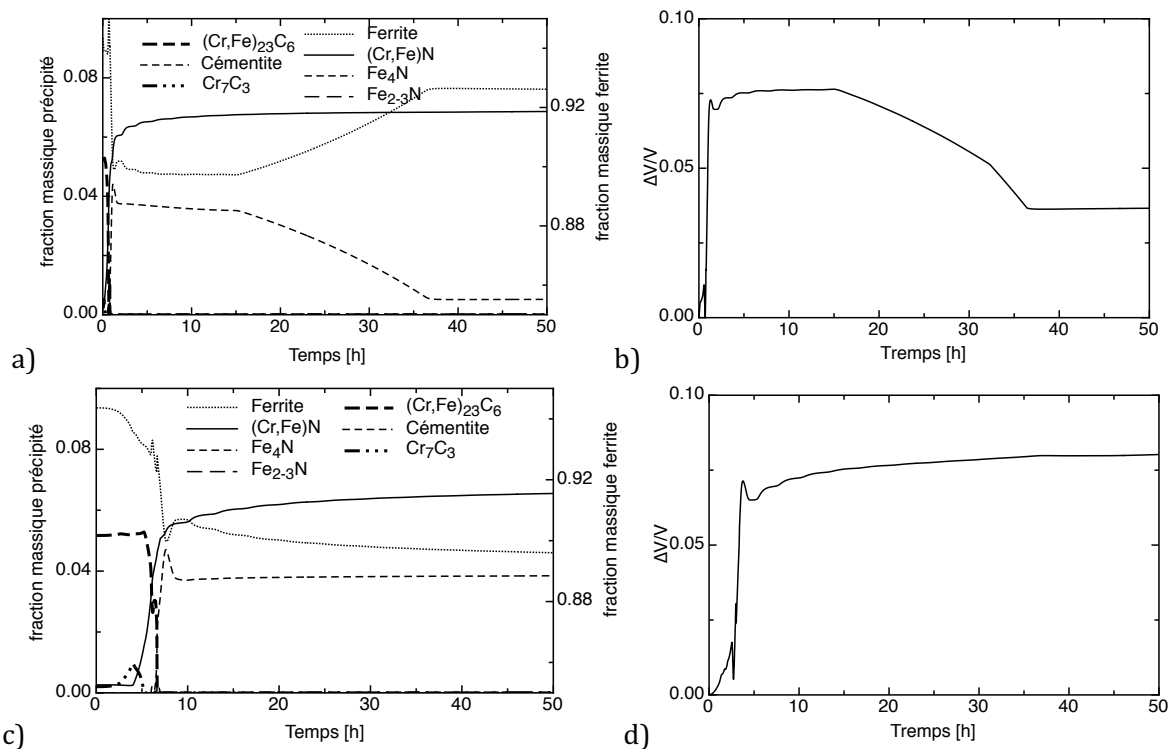


Figure 7 : Simulation de la nitruration, acier 32CrMoV13,  $T=520 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $t=50 \text{ h}$ ,  $K_N=4,3 \text{ atm}^{-1/2}$  à la profondeur de 60  $\mu\text{m}$ , a) évolution de la fraction massique des phases en fonction du temps, b) variation du volume en fonction du temps, et à la profondeur de 100  $\mu\text{m}$ , c) évolution de la fraction massique des phases en fonction du temps, d) variation du volume en fonction du temps.

Les contraintes résiduelles de nitruration sont stables thermiquement jusqu'à des températures relativement importantes mais inférieures aux températures de nitruration. C'est une raison du choix de ce traitement dans le cas des boîtes de transmission où les températures peuvent dépassées 200 °C. Sous l'effet d'un chargement mécanique répété (fatigue de contact par exemple) il peut y avoir des modifications microstructurales générant des modifications locales de comportement mécanique (augmentation de la dureté par exemple). La figure 8a montre l'effet d'un chargement cyclique obtenu par indentation multiple contrôlée sur un acier de nuance 32CrMoV13. Les observations par microscopie électronique à transmission (figure 8b) montrent les nitrures semi-cohérents MN cisailés [15]. D'autres auteurs ont également observé ce type d'effet [16].

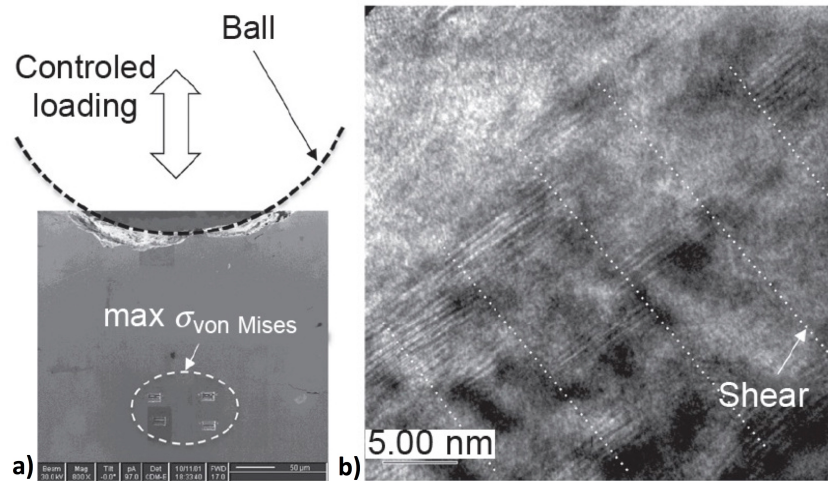


Figure 8 : Effet d'un chargement cyclique sur la microstructure des couches nitrurées : a) position des lames minces (MET) au maximum des contraintes de Hertz, b) cisaillement des nitrures semi-cohérents MN dû aux mouvements des dislocations [15].

La génération des contraintes résiduelles de nitruration implique des champs mécaniques pouvant être à l'origine de la déformation des pièces traitées qui peuvent être plus ou moins importantes suivant leur géométrie. À ces déformations s'ajoute la déformation totale normale  $\epsilon_{33}$  aux surfaces nitrurées liées à la précipitation. Son intégration sur la profondeur nitrurée peut atteindre plusieurs  $\mu\text{m}$  venant s'ajouter aux déformations liées au champ des contraintes résiduelles et expliquant ainsi les modifications des dimensions des pièces après nitruration. La modélisation permet donc de déterminer à la fois les contraintes résiduelles et les déformations liées aux transformations de phases.

Il reste néanmoins la problématique de la prise en compte des dimensions réelles des pièces nitrurées (DMS® étant limité à des géométries très simples), la modélisation devant tenir compte de la géométrie réelle afin d'une part de tenir compte des courbures locales dans les processus de diffusion de l'azote (surface convexe ou concave), d'autre part de faire un équilibre mécanique sur l'ensemble de la géométrie pour les champs de contraintes. La figure 9 montre quelques résultats prometteurs d'implémentation du modèle dans le logiciel de simulation FORGE® [17].

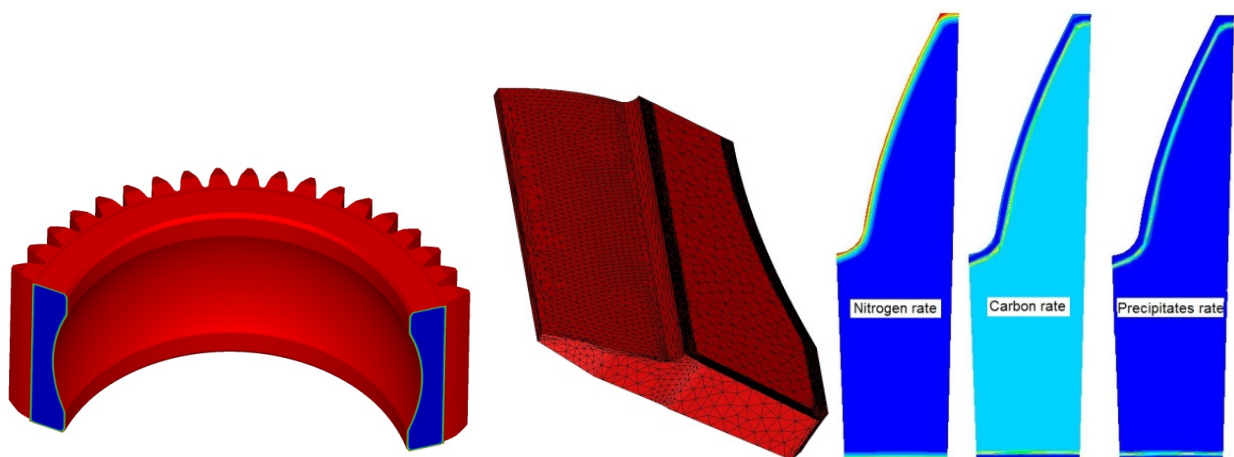


Figure 9 : Simulation de la nitruration en cours d'implémentation dans le logiciel FORGE® [17].

## CONCLUSION

L'origine des contraintes résiduelles de nitruration est liée aux transformations de phases et les déformations volumiques associées qui surviennent durant le processus de diffusion de l'azote (et du carbone) mais également, dans une bien moindre mesure, aux déformations thermiques entre phases durant le refroidissement. Si l'augmentation de la dureté dans la couche nitrurée est bien reliée à la précipitation des nitrures MN, la génération des contraintes dépend également de la formation de la cémentite aux joints de grains. Il n'y a donc pas de relation évidente dureté/contrainte. La valeur finale du champ de contraintes généré dépend de l'histoire complète du chargement mécanique que subit la couche nitrurée. En proche surface ce chargement n'est pas monotone expliquant la diminution des contraintes résiduelles. Par ailleurs il a été clairement montré que les contraintes résiduelles macroscopiques n'étaient pas égales aux contraintes résiduelles déterminées par diffraction des rayons X dans la ferrite. Si les contraintes macroscopiques jouent un rôle dans la déformation des pièces et la propagation des fissures, les contraintes locales peuvent avoir une influence sur les mécanismes d'initiation des fissures et donc sur la durée de vie en fatigue à grand nombre de cycles. Il convient donc de considérer le caractère polyphasé des couches nitrurées.

## REMERCIEMENTS

Les auteurs tiennent à remercier J.N. Locquet, V. Goret, G. Fallot et B. Guillot qui ont fortement contribué dans leurs travaux de thèse à la compréhension de la relation entre la microstructure et les propriétés mécaniques des couches nitrurées. Ils remercient également les Pr. J. Barralis et L. Castex initiateur du projet « nitruration » au sein du Laboratoire MSMP.

## BIBLIOGRAPHIE

- [1] C. Leroux. *Nitruration et nitrocarburation, Procédés et pratiques industrielles*. Technique de l'ingénieur, M 1 227v2, (2012).
- [2] B. Guillot. *Étude de procédés de préparation de surface avant nitruration – Robustesse du procédé*. Thèse ENSAM Aix-en-Provence, (2016).
- [3] J. Barralis, L. Castex, J.-C. Chaize. *Influence des conditions de traitement sur la distribution des phases et des contraintes résiduelles dans les couches nitrurées*. Mémoires et Études Scientifiques Revue de Métallurgie, 43(6), 629–642, (1986).
- [4] J. Dulcy, M. Gantois. *Formation et durcissement de la couche de diffusion en nitruration et nitrocarburation : Systèmes fer-chrome-azote et fer-chrome-azote- carbone*. Techniques de l'Ingénieur, m1223, (2012).
- [5] S. Jegou, L. Barrallier, R. Kubler, M.J. Somers. *Evolution of residual stress in the diffusion zone of a model Fe-Cr-C alloy during nitriding*. HTM Journal of Heat Treatment and Materials. Vol. 66, No. 3, pp. 135-142 (2010).
- [6] S. Jégou. *Influence des éléments d'alliage sur la genèse des contraintes résiduelles d'aciers nitrurés*. Thèse, ENSAM Aix-en-Provence, (2009).
- [7] J.N. Locquet, *Caractérisation métallurgiques et mécaniques de couches nitrurées, relation microstructure comportement*. Thèse ENSAM Aix-en-Provence, (1998).
- [8] G. Fallot. *Rôle du carbone lors de la nitruration d'acier de construction et influence sur les propriétés mécaniques*. Thèse ENSAM Aix-en-Provence, (2015).
- [9] C. Ginter. *Influence des éléments d'addition sur l'enrichissement d'azote et le durcissement d'aciers nitrurés*. Thèse Université de Nancy, (2006).
- [10-] L. Barrallier. *Genèse des contraintes résiduelles de nitruration – Étude expérimentale et simulation*. Thèse ENSAM Aix-en-Provence, (1992).
- [11] L. Barrallier, J. Barralis. *On origin of residual stress generated by nitriding treatment on alloy steels*. Proc. 4<sup>th</sup> Int. Conf. Residual Stress, Baltimore, MD, SEM Publishing, 498–505, (1994).
- [12-] V. Goret. *Modélisation de la nitruration : prise en compte de la géométrie des pièces traitées*. Thèse ENSAM Aix-en-Provence, (2006).
- [13] L. Barrallier, P. Vardon, D. Deloison. *Residual stress and deformation simulation of nitrided disc*. ICRS 8, Denver, USA, (2008).



- [14] L. Barrallier, S. Goekjian, F. Guittonneau, S. Jégou. *Cementite residual stress analysis in gas-nitrided low alloy steels*. ICRS 10, Sydney, Australia, (2016).
- [15] L. Barrallier. *Thermochemical Surface Engineering of Steels, Chap.10 : Classical nitriding of heat treatable steel. Metals and Surface Engineering*. Woodhead Publishing, pages 392-411, (2014).
- [16] H. EL Ghazal. *Étude des propriétés microstructurales et mécaniques des aciers 16NiCrMo13 cémenté et 32CrMoV13 nitruré – Application à la prévision de leur limite d’endurance en fatigue de roulement*. Thèse INSA Lyon, (1999).
- [17] P. De Micheli, A. Settefrati, S. Marie, J. Balier, P. Lasne, B. Sholtes, M. Bernacki, F. Bay. *Towards the simulation of the whole manufacturing chain processes with FORGE®*. NEMU 2015, Felbach, (2015).
- [18] T. Liapina, A. Leineweber, E.J. Mittemeijer, W. Kockelmann. *The lattice parameters of  $\epsilon$ -iron nitrides: lattice strains due to a varying degree of nitrogen ordering*. Acta Mater., 2004, vol. 52, pp. 173–80.